

Méthode d'analyse

MA. 400 - Glycols
2025-03-19 (révision 3)

Détermination des glycols : méthode par GC-FID

Coordination et rédaction

Cette publication a été réalisée par le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CEAEQ) du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs (MELCCFP). Elle a été produite par la Direction des communications du MELCCFP.

Renseignements

Téléphone : 418 521-3830
1 800 561-1616 (sans frais)

Télécopieur : 418 646-5974

Formulaire : www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/renseignements.asp

Internet : www.environnement.gouv.qc.ca

Pour obtenir un exemplaire du document

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
Ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements
climatiques, de la Faune et des Parcs
675, boul. René-Lévesque Est, 4^e étage, boîte 23
Québec (Québec) G1R 5V7

Téléphone : 418 521-3848

Ou

Visitez notre site Web : www.environnement.gouv.qc.ca

Dépôt légal – 2026
Bibliothèque et Archives nationales du Québec
ISBN : 978-2-555-03052-7 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec, 2026

TABLE DES MATIÈRES

1.	Domaine d'application _____	1
2.	Principe et théorie _____	1
3.	Interférence _____	1
4.	Conservation _____	1
5.	Matériel et appareillage _____	2
6.	Réactifs et étalons _____	2
7.	Protocole d'analyse _____	4
	7.1 Préparation du matériel _____	4
	7.2 Préparation des échantillons Aqueux _____	4
	7.3 Préparation des échantillons solides _____	4
	7.4 Dosage _____	5
8.	Calcul et expression des résultats _____	6
9.	Critères d'acceptabilité _____	7
10.	Bibliographie _____	8

1. Domaine d'application

Les glycols, des composés organiques appartenant à la famille des alcools, sont des diols dans lesquels les deux groupes hydroxyles sont portés par des atomes de carbone différents. Le composé le plus simple et le plus utilisé de la famille des glycols est l'éthylène glycol, mais d'autres glycols plus complexes sont utilisés par différentes industries.

Cette méthode sert à déterminer les concentrations de différents glycols dans les matières liquides aqueuses et dans les matières solides. La plage d'étalonnage utilisée pour la chromatographie en phase gazeuse se situe entre 1 et 1000 ppm. Des concentrations plus élevées peuvent être rapportées en appliquant des dilutions appropriées aux échantillons.

2. Principe et théorie

Les glycols contenus dans les eaux sont extraits à l'aide de méthanol, tandis que ceux contenus dans les sols sont extraits avec une solution constituée de méthanol et d'eau. L'extrait est ensuite analysé par chromatographie en phase gazeuse couplée à la détection par ionisation de flamme (GC-FID).

La concentration des glycols est déterminée par comparaison des surfaces chromatographiques obtenues à un temps de rétention donné, entre l'échantillon et chacun des étalons de glycols, tout en tenant compte des surfaces obtenues pour l'étalon volumétrique (standard interne).

3. Interférence

Les interférences peuvent être causées par tout composé soluble dans l'eau ou le méthanol qui est résolu au même temps de rétention que les glycols lors du passage au détecteur. Ceci pourrait causer une surestimation des résultats.

Une contamination pourrait aussi se produire si l'analyse d'un échantillon à forte concentration précède l'analyse d'un échantillon à faible concentration. Afin d'éviter une telle contamination, du méthanol peut être injecté entre les échantillons.

4. Conservation

Les échantillons sont prélevés dans un contenant de verre avec couvercle en téflon et conservés sans agents de conservation selon les modalités suivantes :

Nature de l'échantillon	Conditions de conservation	Délai de conservation
Sols	4 °C	14 jours
Sols	-20 °C	180 jours
Eaux	4 °C	28 jours

5. Matériel et appareillage

Les marques de commerce qui apparaissent ci-dessous ne sont mentionnées qu'à titre informatif. Un modèle équivalent d'un autre fabricant peut également être utilisé.

- 5.1. Chromatographe en phase gazeuse couplé à un détecteur à flamme ionisante (GC-FID)
- 5.2. Colonne chromatographique capillaire DB-WAX U.I. (30 m, D.I. 250 μ m, 0,5 μ m de film)
- 5.3. Insert (*liner*) : *single taper*, Ultra Inert, avec laine de verre (Agilent, 5190-2293) pour les eaux et liner droit (Agilent, 5190-2294) pour les sols
- 5.4. Agitateur à peinture
- 5.5. Bain à ultrasons
- 5.6. Seringues jetables de 10 ml
- 5.7. Filtres à seringue en nylon d'une porosité de 0,45 μ m (pour les eaux)
- 5.8. Filtres à seringue en nylon d'une porosité de 0,2 μ m (pour les sols)
- 5.9. Flacons de 40 ml prénettoyés

6. Réactifs et étalons

Tous les solvants utilisés sont de grade Optima ou de grade supérieur. Les réactifs commerciaux utilisés ont une pureté $\geq 99\%$, à moins d'indication contraire.

L'eau utilisée est filtrée sur une membrane de 5 μ m, traitée sur charbon activé et déminéralisée.

À moins d'indication contraire, les standards du commerce utilisés pour faire la courbe d'étalonnage sont conservés à 4 °C et les solutions d'étalonnage sont conservées à -20 °C.

- Méthanol de grade Optima ou d'un grade équivalent ou supérieur (n° CAS 67-56-1)
- Étalon volumétrique (SI) : 2,2,2-trichloroéthanol à 10 000 ppm (n° CAS 115-20-8)
Dans un ballon volumétrique de 50 ml, ajouter précisément 500 mg de 2,2,2-trichloroéthanol et combler jusqu'au trait de jauge avec du méthanol. Bien mélanger.
- Étalon de recouvrement : 1-heptanol à 10 000 ppm (n° CAS: 111-70-16)
Dans un ballon volumétrique de 50 ml, ajouter précisément 500 mg de 1-heptanol et combler jusqu'au trait de jauge avec du méthanol. Bien mélanger.
- Solutions d'étalonnage :
À partir d'une solution commerciale contenant les composés suivants à 10 000 ppm, préparer une solution à 1000 ppm dans le méthanol.

Composé	N° CAS
1-méthoxy-2-propanol	107-98-2
2-méthoxyéthanol	109-86-4
2-éthoxyéthanol	110-80-5
2-butoxyéthanol	111-76-2
Propylène glycol	57-55-6
Éthylène glycol	107-21-1
1,3-butanediol	107-88-0
1,3-propanediol	504-63-2
Néopentyl glycol	126-30-7
1,4-butanediol	110-63-4
Diéthylène glycol	111-46-6
1,5-pentanediol	111-29-5
1,6-hexanediol	629-11-8
Triéthylène glycol	112-27-6
Tétraéthylène glycol	112-60-7

Suivre les tableaux ci-dessous pour préparer les différentes solutions d'étalonnage.

Niveau	Concentration (ppm)	Volume de glycols à 1000 ppm (µl)	Volume de la solution de recouvrement à 10 000 ppm (µl)	Concentration de l'étalon de recouvrement (ppm)	Eau déminéralisée	Volume de la solution de SI à 10 000 ppm (µl)	Volume final MeOH (ml)
1	1	10	50	50	1000	20	10
2	5	50	50	50	1000	20	10
3	10	100	50	50	1000	20	10
4	50	500	50	50	1000	20	10
5	200	200	50	50	1000	20	10
6	500	500	50	50	1000	20	10
7	1000	1000	50	50	1000	20	10

7. Protocole d'analyse

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, sont suivies pour s'assurer d'une fréquence d'insertion adéquate en ce qui concerne les éléments de contrôle et d'assurance de la qualité (blanc, matériaux de référence, duplicata, etc.). Tous ces éléments d'assurance et de contrôle de la qualité suivent les mêmes étapes du protocole analytique que les échantillons.

7.1 Préparation du matériel

Noter que la verrerie utilisée doit être nettoyée selon les indications du document de référence en vigueur et décontaminée deux fois au méthanol.

7.2 Préparation des échantillons aqueux

- Prélever 1 000 µl d'échantillon et le mettre dans un ballon jaugé de 10 ml.
- Ajouter 50 µl de la solution d'étalon de recouvrement de 1-heptanol à 10 000 ppm et compléter avec du MeOH. Bien homogénéiser.
- Transférer le mélange dans une seringue jetable de 10 ml munie d'un filtre en nylon de 0,45 µm afin de le récupérer dans un flacon de 40 ml.
- Prélever 980 µl d'échantillon filtré et le transférer dans un vial de 2 ml. Ajouter 20 µl de standard interne de 2,2,2-trichloroéthanol à 10 000 ppm. Bien homogénéiser.

7.3 Préparation des échantillons solides

Pour les sols humides :

- Peser précisément environ 5,00 g de sol humide dans un vial de 40 ml et noter la masse sur la feuille de travail. Le pourcentage d'humidité sera mesuré sur une autre portion de l'échantillon pour déterminer le poids sec.
- À la pipette automatique, ajouter 50 µl de la solution d'étalon de recouvrement de 1-heptanol à 10000 ppm.
- Avec une pipette automatique, ajouter 1000 µl d'eau déminéralisée.
- Avec une pipette automatique, ajouter 8950 µl de méthanol.
- Placer l'échantillon sur agitateur à peinture durant 30 minutes et laisser tempérer.
- Centrifuger à 1600 rpm pendant 2 minutes (ou plus, si nécessaire).
- Filtrer l'extrait à l'aide d'une seringue de plastique jetable munie d'un filtre en nylon dont la porosité est de 0,2 µm dans un autre vial de 40 ml.
- Prélever 980 µl d'échantillon filtré et le transférer dans un vial de 2 ml. Ajouter 20 µl de standard interne de 2,2,2-trichloroéthanol à 10000 ppm. Bien homogénéiser.

Pour les sols très secs :

- Peser environ 5,00 g de sol humide dans un flacon de 40 ml et noter la masse sur la feuille de travail. Le pourcentage d'humidité sera mesuré sur une autre portion de l'échantillon pour déterminer le poids sec.

- À la pipette automatique, ajouter 50 µl de la solution d'étalon de recouvrement de 1-heptanol à 10 000 ppm. Avec une pipette automatique, ajouter 4950 µl d'eau déminéralisée.
- Placer l'échantillon sur l'agitateur à peinture pendant dix minutes et laisser tempérer.
- Avec une pipette automatique, ajouter 5 000 µl de méthanol.
- Mettre au bain à ultrasons 15 minutes à environ 50 °C et laisser tempérer.
- Centrifuger à 1 600 tr/min pendant deux minutes (ou plus, si nécessaire).
- Filtrer l'extrait à l'aide d'une seringue de plastique jetable munie d'un filtre en nylon dont la porosité est de 0,2 µm dans un autre flacon de 40 ml.
- Prélever 980 µl d'échantillon filtré et le transférer dans un vial de 2 ml. Ajouter 20 µl de standard interne de 2,2,2-trichloroéthanol à 10 000 ppm. Bien homogénéiser.

7.4 Dosage

7.4.1 Conditions d'utilisation de l'instrument

Injecteur : *Pulsed splitless* pour les eaux et *split ratio* 5:1 pour les sols

Température : 250 °C

Pulse pressure : 50,0 psi (eau)

Pulsed time : 0,90 min (eau)

Purge flow : 50,0 ml/min à partir de 1 minute (eau)

Split flow : 7,9448 ml/min (sol)

Volume d'injection : 1,0 µl

Insert : *single taper*, Ultra Inert avec laine de verre pour les eaux et liner droit pour les sols

Colonne : Colonne chromatographique capillaire DB-WAX 30 m, 250 µm, 0,5 µm

Gaz vecteur : Hélium, en mode de débit gradient (*ramped flow*)

Initial Flow : 1,589 ml/min

Hold time : 7,00 min

Flow rate 1 : 0,10 ml/min par minute jusqu'à 1,7 ml/min

Hold time 1 : 0,0 min

Flow rate 2 : 0,2 ml/min par minute jusqu'à 2 ml/min

Hold time 2 : 13 min

Four: Température initiale : 60 °C

Hold temp time : 0 min

Temp ramp 1 : 20,0 °C/min jusqu'à 180 °C

Hold temp time 1 : 0 min

Temp ramp 2 : 5,0 °C/min jusqu'à 200 °C

Hold temp time 2 : 0 min

Temp ramp 3 : 20,0 °C/min jusqu'à 235 °C

Hold temp time 3 : 8,25 min

Détecteur : Température : 360 °C
H₂ : 35 ml/min
Air : 300 ml/min
Make-up gas (N₂) : 25 ml/min en mode Constant flow

7.4.2 Séquence d'analyse

Injecter les étalons, échantillons et éléments de contrôle de la qualité selon la séquence décrite ci-dessous. Cette séquence est élaborée à titre indicatif. L'ordre d'injection et le choix des étalons peuvent varier.

1. Méthanol
2. Étalon de 1 ng/μl
3. Étalon de 5 ng/μl
4. Étalon de 10 ng/μl
5. Étalon de 50 ng/μl
6. Étalon de 200 ng/μl
7. Étalon de 500 ng/μl
8. Étalon de 1000 ng/μl
9. Blanc de méthode
10. Éléments de contrôle de la qualité
11. Série d'échantillons (entre 1 et 8)
12. Étalon de 50 ng/μl

La valeur de la concentration de l'étalon injecté entre chaque série d'échantillons doit se situer à ± 25 % de la valeur attendue pour 85 % de l'ensemble des composés présents dans ce mélange.

8. Calcul et expression des résultats

La différence entre le temps de rétention de chacun des composés et le temps de rétention du même composé dans la table d'étalonnage ne doit pas être de plus d'une minute.

8.1.1 Calcul des résultats

Les composés sont dosés à l'aide des courbes d'étalonnage obtenues par l'analyse des solutions étalons. La réponse des différents composés parmi les solutions étalons est comparée à la réponse d'un étalon volumétrique spécifique.

Pour les échantillons solides, les résultats sont exprimés en mg/kg (sur une base sèche*) d'après l'équation suivante :

$$C = \frac{A \times V}{Q} \times F$$

où

- C : concentration des glycols contenus dans l'échantillon (mg/kg) pour les solides;
- A : concentration des glycols contenus dans l'extrait injecté (ng/μl);
- V : volume final de l'extrait analysé (ml);
- Q : poids d'échantillon analysé sur base sèche (g) pour les solides;
- F : facteur de dilution, si nécessaire.

*Le pourcentage d'humidité est déterminé sur un autre sous-échantillon.

Pour les échantillons liquides aqueux, les résultats sont exprimés en μg/l d'après l'équation suivante :

$$C = \frac{A \times V \times 1000}{Q} \times F$$

où

- C : concentration des glycols contenus dans l'échantillon (μg/l);
- A : concentration des glycols contenus dans l'extrait injecté (ng/μl);
- V : volume final de l'extrait analysé (ml);
- Q : volume d'échantillon analysé (ml);
- F : facteur de dilution, si nécessaire.

9. Critères d'acceptabilité

Les critères d'acceptabilité sont définis dans le document DR-12-SCA-01 et sont appliqués comme suit :

Éléments de contrôle	Critères d'acceptabilité
Courbe d'étalonnage	$R^2 \geq 0,990$
Étalons de vérification de la courbe	$\pm 25 \%$ pour 85 % des composés
Étalon volumétrique (SI)	environ $\pm 50 \%$ dans une même séquence
Blanc	\leq LQM, sinon il est soustrait
Matériaux de référence (MR)	Graphiques de contrôle ($\pm 3 \sigma$)
Duplicatas	$\pm 30 \%$ pour 80 % des composés, si le résultat $\geq 10 \times$ LQM
Étalon de recouvrement (SU)	30 à 130 %

10. Bibliographie

NOTE - Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, se référer à la dernière édition du document.

U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY, *Nonhalogenated organics using GC/FID*, Method 8015B, Revision 2, December 1996.



**Environnement,
Lutte contre
les changements
climatiques,
Faune et Parcs**

Québec 